



**Prioritätsbescheinigung über die Einreichung
einer Patentanmeldung**

Aktenzeichen: 102 48 888.6

Anmeldetag: 18. Oktober 2002

Anmelder/Inhaber: Forschungszentrum Jülich GmbH, Jülich/DE

Bezeichnung: Verfahren zur Herstellung endkonturnaher, metallischer und/oder keramischer Bauteile

IPC: B 22 F, C 04 B

Die angehefteten Stücke sind eine richtige und genaue Wiedergabe der ursprünglichen Unterlagen dieser Patentanmeldung.

München, den 9. Oktober 2003
Deutsches Patent- und Markenamt
Der Präsident
Im Auftrag

Scholz

PRIORITY DOCUMENT
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH
RULE 17.1(a) OR (b)

Forschungszentrum Jülich GmbH
PT12018/ho-wa

18.10.2002



B e s c h r e i b u n g

Verfahren zur Herstellung endkonturnaher, metallischer und/oder keramischer Bauteile

Die Erfinung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von endkonturnahen Bauteilen, insbesondere Bauteilen aus metallischen und/oder keramischen Pulvern, wobei die Technik des Pulverformspritzens (PIM) angewandt wird.

Stand der Technik

A) Verfahren zur endkonturnahen Herstellung von metallischen Bauteilen

Das Metallformspritzen (MIM = metal powder injection moulding), auch Metallpulverspritzen genannt, ist als ein Verfahren zur Massenherstellung von metallischen Bauteilen bekannt, insbesondere für die endkonturnahen (NNS = near net shape) Herstellung solcher Bauteile.

Das MIM-Verfahren erlaubt es, kleine bis mittelgroße komplexe geformte Teile in hohen Stückzahlen kostengünstig und automatisiert herzustellen. Das MIM-Verfahren liefert Bauteile mit einer Dichte von 95 - 98% der theoretischen Dichte, durch nachträgliches heißisostatisches Pressen der Körper (ohne Kapselwerkstoff) kann eine Dichte von 100 % erzielt werden.

Das Verfahren umfasst das Plastifizieren von Metallpulvern mit sphärischer bzw. irregulärer Morphologie (Partikelgrößen des Pulvers 5 - 300 µm) mittels eines Bindersystems zu einem sog. Feedstock. Ziel der Aufbereitung ist die Ummantelung aller Pulverpartikel mit dem organischen Binder. Die Homogenisierung des Feedstocks erfolgt in einem Kneten. Danach wird der Feedstock in

die Spritzgußmaschine eingefüllt. In einer beheizten Zone werden Teile des Bindersystems (z. B. geeignete Wachse) aufgeschmolzen. Eine Schnecke fördert die thermoplastische Masse in das teilbare Formenwerkzeug. Nach Beendigung der Formfüllung erstarrt die Flüssigphase wieder und ermöglicht die Entnahme des Bauteils aus der Form. Die Entfernung des Bindersystems erfolgt durch einen der Sinterung vorgeschalteten Entbindungs- 5 schritt. Je nach Bindersystem werden dabei die Zusatzstoffe auf unterschiedliche Art wieder aus dem Bauteil entfernt.

Es wird unterschieden zwischen thermischen Entbindungsverfahren (Herausschmelzen oder Zersetzen über die Gasphase), Lösungsmittlextraktion sowie katalytische Entbinderung. Im Anschluß erfolgt der Sinterprozeß, bei dem über Diffusionsprozesse eine Verdichtung des Bauteils auf bis zu 98 % der theoretischen Dichte erreicht wird. Aufgrund des hohen Bindergehalts treten beim Sintern große Schwindungen (15 – 20 Vol.-%) auf. Die Kontrolle des Schwindungsverhaltens ist eine der wesentlichen Anforderungen bei der Herstellung von near-net-shape Bauteilen.

Typische geeignete Materialien für die metallische Komponente beim Metallpulverspritzen sind rostfreier Stahl, Carbonstahl, Werkzeugstahl oder Legierungsstahl, aber auch Ferrit, Wolframcarbid und Mischungen aus Kupfer/Bronze, Kobalt/Chrom oder auch Wolfram/Kupfer.

B) Verfahren zur Herstellung von endkonturnahen keramischen Bauteilen

Das vorgenannte Verfahren des Metallformspritzens (MIM – metal powder injection moulding), ist inzwischen auch für die Herstellung von keramischen Bauteilen abgewand-

delt worden. Das sogenannte Pulverspritzen (PIM = powder injection moulding), lässt auch die Herstellung von keramischen Bauteilen zu (CIM = ceramic injection moulding). Bei der Herstellung einer entsprechenden Pulverspritzgussmasse wird mit organischem Binder Keramikpulver homogenisiert. Der Spritzgußprozeß und das Sintern werden im wesentlichen analog zum Metallformspritzen durchgeführt, wobei aber die spezifischen Eigenschaften von Keramikpulvern (z. B. kleinere Korngrößen des Ausgangspulvers) berücksichtigt werden müssen.

10 C) Herstellung poröser metallischer Bauteile

Das Pressen von Metallpulvern zur Herstellung von porösen Metallkörpern ist ebenfalls aus der Literatur bekannt. Zur Erzeugung der gewünschten Porosität können den Metallpulvern dabei sogenannte Platzhaltermaterialien zugegeben werden, die es ermöglichen, die gewünschte Porosität einzustellen. Nach Pressen von Grünkörpern aus dem Pulvergemisch ist das Platzhaltermaterial dann aus den Grünkörpern so zu entfernen, dass der Grünkörper allein noch vom verbleibenden Metallpulvergerüst gehalten wird, das zwischen seiner Gerüststruktur Hohlräume aufweist. Der Grünkörper weist somit die spätere poröse Struktur des Formkörpers bereits auf. Beim Austreiben des Platzhaltermaterials ist dafür Sorge zu tragen, dass das Metallpulvergerüst erhalten bleibt. Mittels nachfolgendem Sintern der Grünkörper entsteht ein hochporöser Formkörper, wobei die Berührungsflächen der Pulverteilchen beim Sintern diffusionsverbunden werden.

20 30 Als Platzhaltermaterialien zur Ausbildung poröser metallischer Formkörper sind zum einen relativ hochschmelzende organische Verbindungen bekannt, welche durch Verdampfen oder Pyrolyse (Cracken) und Lösen der

entstandenen Crackprodukte mittels geeigneter Lösungsmittel aus den Grünkörpern entfernt werden. Problematisch sind hierbei der erhebliche Zeitaufwand bei der Entfernung des Platzhaltermaterials sowie Crackprodukte, die mit nahezu allen pulvermetallurgisch zu verarbeitenden Metallen, wie Ti, Al, Fe, Cr, Ni, etc., reagieren und hohe Konzentrationen an Verunreinigungen hinterlassen. Nachteilig wirkt sich auch bei Verwendung von Thermoplasten, die durch Erwärmen des Grünkörpers entfernt werden, die Expansion am Glasübergangspunkt aus, die notwendige Stabilität des Grünkörpers wird hierdurch beeinträchtigt.

Zum anderen werden als Platzhaltermaterialien auch hochschmelzende anorganische Verbindungen wie Alkalisalze und niedrigschmelzende Metalle wie Mg, Sn, Pb etc. verwendet. Solche Platzhaltermaterialien werden im Vakuum oder unter Schutzgas bei Temperaturen zwischen ca. 600 bis 1000 °C unter hohem Energie- und Zeitaufwand aus den Grünkörpern entfernt. Nicht zu verhindern sind bei diesen Platzhaltermaterialien im Grünkörper verbleibende Verunreinigungen, die insbesondere bei Formkörpern aus reaktiven Metallpulvern, wie Ti, Al, Fe, Cr, Ni, schädlich sind.

Bei Alkalisalzen besteht prinzipiell als weitere Möglichkeit zur Entfernung das Herauslösen durch geeignete Lösungsmittel (z. B. Wasser). Dieses Verfahren ist für gepresste Metallpulver-Alkalisalz-Mischungen jedoch ungeeignet, da die Formstabilität der Presslinge bei diesem Prozeß vollständig verlorengeht.

Aus DE 196 38 927 C2 ist ein Verfahren zur Herstellung von hochporösen, metallischen Formkörpern bekannt, bei dem zunächst Metallpulver und ein Platzhalter gemischt

und anschließend zu einem Grünzeug gepreßt werden. Dabei können sowohl das uniaxiale als auch das isostatische Pressen zur Anwendung kommen. Der Platzhalter wird thermisch ausgetrieben und der Grünkörper anschließend gesintert. Wird die Pulver-Platzhalter-Mischung durch einen Binder stabilisiert, ist es prinzipiell möglich durch das mehraxiale Pressen auch relativ komplizierte Bauteilgeometrien direkt zu realisieren. Die Anfertigung eines geeigneten Preßwerkzeugs ist jedoch aufwendig und teuer. Speziell für kleine Serien ist es deshalb vorteilhaft, zuerst Halbzeuge mit einer universellen Geometrie (z. B. Zylinder oder Platten) herzustellen und diese durch nachfolgende mechanische Bearbeitung auf die gewünschte Endkontur zu bringen.

15 Vermehrt besteht die Notwendigkeit hochporöse Bauteile auch in großen Stückzahlen zur Verfügung zu stellen, welche ihre Anwendung in der Medizintechnik, der Luft- und Raumfahrt oder auch der Filtertechnik finden. Poröse Bauteile werden heute z. B. durch Aufschäumen von Aluminium oder pulvertechnologisch durch den Einsatz geeigneter Platzhalterwerkstoffe hergestellt. Diese Verfahren erlauben nur bedingt eine endkonturnahe Fertigung insbesondere komplizierter Geometrien in großen Stückzahlen.

20

25

Aufgabe und Lösung

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren zur Herstellung von endkonturnahen metallischen und/oder keramischen Bauteilen zur Verfügung zu stellen, bei denen hochporöse Bauteile hergestellt werden können, die eine offene Porosität von mehr als 10 Vol.-%, insbesondere von mehr als 50 Vol.-% aufweisen. Die Aufgabe wird gelöst durch ein Verfahren mit der Ge-

samtheit der Merkmale des Hauptanspruchs. Vorteilhafte Ausgestaltungen des Verfahrens finden sich in den davon abhängigen Unteransprüchen.

5 Gegenstand der Erfindung

Die vorliegende Erfindung befaßt sich mit der Herstellung komplexer, hochporöser und endkonturnaher Bauteile, bei der das sog. Pulverformspritzen (Powder Injection Moulding PIM) zum Einsatz kommt. Die bei diesem Verfahren bislang nicht möglichen Porositäten werden erfindungsgemäß durch Verwendung geeigneter Platzhalter eingestellt. Beim bekannten Powder Injection Moulding (PIM), welches das Metal Injection Moulding (MIM) und das Ceramic Injection Moulding (CIM) umfasst, können metallische wie auch keramische Pulver verarbeitet werden. Vor allem bei metallischen Pulvern besteht die Notwendigkeit geringer Restverunreinigungen nach der Durchführung des Prozesses.

20 Im folgenden werden die einzelnen Verfahrensschritte des erfindungsgemäßen Herstellungsverfahrens beschrieben und ein Anwendungsbeispiel gegeben.

25 Ausgangspulver

Das vorgenannte Verfahren eignet sich zur Verarbeitung metallischer Pulver als auch keramischer Pulver. Die Partikelgrößen der Ausgangspulver können im Bereich bis max. 300 µm liegen. Zur Abformung feiner Strukturen und zur Einstellung eines hohen Versinterungsgrades zwischen den Pulverteilchen sind aber feinere Pulverfraktionen zu bevorzugen (< 50 µm). Geeignete metallische Materialien sind beispielsweise rostfreier Stahl, Carbonstahl, Werkzeugstahl oder Legierungsstahl, sowie

Ferrit, Wolframcarbid, Mischungen aus Kupfer /Bronze, Kobalt/Chrom oder auch Wolfram/Kupfer.

Ergänzend dazu wurden zur Untersuchung des Potentials des Verfahrens als Ausgangswerkstoffe insbesondere Titan, $TiAl_6V_4$, Nickel-Titan (NiTi) sowie rostfreier Stahl (z. B. 316L) eingesetzt. Diese Stoffe besitzen eine hohe Affinität zu den Elementen Sauerstoff, Kohlenstoff, Stickstoff sowie zu den Halogenen und geben so einen Hinweis auf die zu erwartenden Verunreinigungen im gesinterten Bauteil.

Die einzusetzenden Platzhalter sollten insbesondere folgende Kriterien erfüllen:

- Korngrößen von 20 bis 2000 μm
- Keine Toxizität
- Wassergefährdungsklasse 0 bis max. 1
- Gut wasserlöslich (Voraussetzung für Platzhalterentfernung)
- Keine Zersetzung bis max. 800°C
- Preiswert

Es wurde im Rahmen der Erfindung herausgefunden, daß insbesondere NaCl , KCl , K_2CO_3 und Na_2CO_3 diese Bedingungen erfüllen und zum gewünschten Erfolg führen. Diese Platzhalter erfüllen ihre Funktion besonders gut in der Kombination mit dem MIN-Feedstock, da die Komponenten des Feedstocks allein schon die Stabilität der Bauteile sicherstellen. Es ist jedoch dafür Sorge zu tragen, dass die Bestandteile des Feedstocks nicht vom verwendeten Lösungsmittel angelöst werden. Um im späteren Bauteil reproduzierbare Eigenschaften sicherzustellen, ist eine Eingangscharakterisierung der eingesetzten Ausgangspulver (Korngrößenverteilung, Oberflächenbe-

schaffenheit, chemische Analyse der Verunreinigungen, Schütt- und Klopfdichte) Grundvoraussetzung.

Herstellung der Spritzgußmasse

5 Das Metallpulver wird mit dem Platzhalter unter Zugabe eines Binders in einem auf 110 °C vorgewärmten Kneter plastifiziert und homogenisiert. Der Binder besteht aus zwei Komponenten, einer plastifizierenden (Amidwachs) und einer dem Grünling Stabilität gebenden Komponente (Polyolefin).

Formgebender Spritzguß

15 Die homogenisierte und zum Spritzguß zerkleinerte Masse, bestehend aus Metallpulver, Platzhalter und Binder wird auf einer Spritzgußmaschine bei 110 °C bis 20 120 °C plastifiziert und in eine auf ca. 40 °C vortemperierte Form injiziert. Dabei sind Drücke und Temperaturen so aufeinander abzustimmen, dass es zu keiner Separation oder inhomogenen Verteilung des Platzhalters kommt.

Kapillaraktives Vorentbindern der Bauteile (Grünlinge)

25 Die Vorentbindereung führt zu einer offenen Porosität im Grünling, die im nächsten Verfahrensschritt den Zutritt eines Lösungsmittels zu den Platzhalterpartikeln ermöglicht. Je nach Partikelgröße der Ausgangspulver erfolgt die Vorentbindereung ein- oder zweistufig. Liegt die Partikelgröße im Bereich von 20 bis 500 µm ist eine einstufige Entbindereung ausreichend, um die erforderliche Porosität zu erreichen. Dazu werden die Grünlinge auf einen kapillaraktiven Stoff (Al₂O₃-Pulverschüttung) gelegt und bei 700 mbar absolut in einen auf 130 °C vorgeheizten Vakuumtrockenschrank gelegt. Danach wird

der Trockenschrank innerhalb von 2 h auf 185 °C erhitzt. Hierbei wird ca. 50 Gew.-% der fließgebenden Komponente (Amidwachs) entfernt. Die kapillaraktive Entbinderung wird auch als "Wicken" bezeichnet. Liegt die Partikelgröße der Ausgangspulver unterhalb von 20 µm sollte im Anschluß an die kapillaraktive Vorentbinderung zusätzlich eine thermische Vorentbinderung vorgenommen werden. Hierzu werden die nach dem kapillaraktiven Vorentbindern erhaltenen Bauteile in einem Ofen bei 20 mbar und einem Argonstrom von 10 l/min von 20 °C auf 270 °C erhitzt. Die Aufheizrate beträgt ca. 5 K/min. Direkt im Anschluß wird abgekühlt.

Entfernung des Platzhalters

Nach dem Vorentbindern besitzen die Grünlinge eine ausreichende offene Porosität, um den Platzhalter im nächsten Schritt zumindest partiell mit Hilfe einer Flüssigkeit, bevorzugt in einem Wasserbad, zu extrahieren. Dazu werden die vorentbinderten, stabilen Grünlinge beispielsweise in ein auf 40 °C bis 80 °C vortemperiertes Wasserbad gelegt, welches mit einem kontinuierlichen Wasserdurchsatz und einer Rührvorrichtung ausgestattet ist. Mit Hilfe von Leitfähigkeitsmessungen wird während des Herauslösens des Platzhalters die Ionenkonzentration des Wasserbads geprüft. Können keine Ionen mehr nachgewiesen werden, ist der Platzhalter nahezu vollständig entfernt. Dieser Vorgang dauert beispielsweise für ein Bauteil aus Titan mit einer Porosität von 70 Vol.-% und einem Gesamtvolumen von 10 cm³ ca. 3,5 Stunden.

Als ebenfalls geeignete Flüssigkeiten können alle Flüssigkeiten eingesetzt werden, in denen sich der Platzhalter löst, und die selbst regelmäßig keine chemischen

18.10.2002

10

Reaktionen mit dem Material des Grünlings eingehen.

Restentbindung der platzhalterfreien Bauteile

Die Entfernung der noch verbliebenen Reste des Binders (im wesentlichen die stabilitätsgebende Komponente Polyolefin) wird wiederum thermisch entfernt. Dazu werden die Bauteile beispielsweise in einem Ofen bei einem Druck von 20 mbar und einem Argonstrom von 10 l/min mit einer Heizrate von 4 K/min von Raumtemperatur auf 480 °C erhitzt, direkt danach wieder abgekühlt und dem Sintern zugeführt.

Sintern der platzhalterfreien und entbinderten Proben

Je nach Werkstoff werden die Bauteile auf geeignete Sinterunterlagen gelegt und bei Temperaturen von 800 bis 2400 °C in geeigneten Atmosphären (Vakuum, Argon, Argon/Wasserstoff, andere) gesintert. Dabei sind auch die Aufheizraten und Haltezeiten werkstoffspezifisch.

Das erfindungsgemäß abgewandelte Verfahren des Powder Injection Moulding eignet sich vorteilhaft zur Herstellung hochporöser, endkonturnaher Bauteile aus metallischen und keramischen Ausgangspulvern. Dadurch lassen sich komplexe Geometrien prinzipiell in großen Stückzahlen realisieren. Die verwendeten Platzhalter (NaCl, KCl, K₂CO₃, Na₂CO₃) sind nicht toxisch. Sie können schnell und quasi restlos unter sehr geringem Aufwand (Herauslösen im Wasserbad) wieder aus den Bauteilen entfernt werden. Da die Stabilität der Bauteile durch den Binder gewährleistet ist, behalten die Bauteile ihre endkonturnahe Form bei der Entfernung des Platzhalters bei. Die Platzhalter sind preiswert und können, falls erforderlich, aus ihren Lösungen wiedergewonnen

werden.

Mit den Platzhaltern können Porengrößen im Bereich von 20 µm bis 2 mm sowie Porositäten von 10 bis 85 Vol.-%, insbesondere von mehr als 30 Vol.-% oder mehr als 50 Vol.-% gezielt eingestellt werden. Die Porenverteilung ist sehr homogen, da der Feedstock aufgrund seiner Viskosität eine gute Mischungsgüte aufweist. Die Dauer des gesamten Verfahrensablaufs wird wesentlich durch die Entbinderung und die Entfernung des Platzhalters bestimmt. Ab dem kapillaraktiven Vorentbindern und selbst unter dem zusätzlichen Aufwand des thermischen Vorentbinderns (für Metall- und Keramikpulver < 20 µm) beträgt die Gesamtzeit nicht mehr als 14 bis 20 Stunden. Darin enthalten sind das Platzhalterentfernen, das Restenbindern und das Sintern incl. der Aufheiz- und Abkühlphasen und Haltezeiten. Daraus ergibt sich ein kostengünstiges und mit moderaten Aufwand durchzuführendes Verfahren, sofern mittlere bis große Stückzahlen geplant sind.

Spezieller Beschreibungsteil

Nachfolgend wird der Gegenstand der Erfindung anhand eines Ausführungsbeispiels sowie einer Figur näher erläutert, ohne daß der Gegenstand der Erfindung dadurch beschränkt wird.

Als Beispiel wird der Verfahrensablauf zur Herstellung eines konkreten hochporösen Bauteils. (Zylinder mit Durchmesser 25 mm, Höhe 30 mm im Grünzustand) aus dem rostfreien Stahl 316L (Werkstoffnummer 1.4404) mit einer Porosität von mind. 70 Vol.-% und Porengrößen im Bereich von 200 bis 400 µm beschrieben. Aufgrund des Volumens des vorhandenen Kneters wird ein Ansatz von

300 cm³ hergestellt. Die Ausgangsstoffe sind:

- Metallpulver rostfreier Stahl 316L (1.4404),
Dichte 7,9 g/cm³, Partikelgröße < 15 µm
- Binder: 60 Gew.-% Amidwachs, Handelsbezeichnung Wachs C,

5

Dichte 1,0 g/cm³

40 Gew.-% Polyolefin, Handelsbezeichnung PE 520

Dichte 0,93 g/cm³

10

- Platzhalter: NaCl, Dichte 2,14 g/cm³,

Partikelfraktion 200 - 400 µm durch Absieben

Für einen Ansatz mit 70. Vol.-% Platzhalter und einem Gesamtvolumen von 300 cm³ ergibt sich folgende Zusammensetzung:

- 470,4 g Metallpulver, rostfreier Stahl 316L
- 297,3 g Platzhalter NaCl
- 59,1 g Wachs C
- 39,4 g PE 520

20

Zur Herstellung der Spritzgußmasse wird zuerst der Binder bei 185 °C aufgeschmolzen und dann das Metallpulver zugegeben. Nach der Plastifizierung von Metallpulver und Binder wird der Platzhalter zugegeben und 2 h homogenisiert. Die Masse wird entnommen, zerkleinert und dem Spritzgußprozeß zugeführt. Für die Verarbeitung und Formgebung der Spritzgußmasse gelten folgende Parameter und Maschineneinstellungen. Da die Einstellungen von der Geometrie des Bauteils, sowie vom Binder- und Platzhaltergehalt abhängen, können keine Absolutwerte

25

30

sondern nur Bereiche angegeben werden.

- Formtemperatur: 44 °C bis 49 °C

Zylinderheizzonen:

- Zone 1 (an der Düse): 144 bis 148 °C
- Zone 2: 135 °C
- Zone 3 (Einzug der Masse): 50 °C
- Einspritzdruck: 150 bis max. 500 bar
- Einspritzzeit: 3 bis 6 s
- Einspritzstrom: 10 bis 50 cm³/s

Im Anschluß werden die Bauteile (Grünlinge) auf einen kapillaraktiven Stoff (Al_2O_3 Agglomerate der Größen 600 bis 800 μm) gelegt. Die Proben kommen nun in einen auf 130 °C vorgeheizten Vakuumtrockenschrank. Die Proben werden auf 700 mbar abs. evakuiert und eine halbe Stunde bei 130 °C vorgewärmt. Danach wird mit ca. 1 K/min bis 185 °C hochgefahren, 1 Stunde gehalten und wieder abgekühlt. Die Proben können bereits bei einer Temperatur von 120 °C dem Vakuumtrockenschrank entnommen werden. Da die Partikelgröße des 316L-Pulvers < 15 μm ist, müssen die Proben zusätzlich thermisch entbindert werden. Dazu werden die Proben im Ofen bei 20 mbar und einem Argonstrom von 5 l/min mit einer Heizrate von 4 K/min auf 260 °C erwärmt und wieder abgekühlt. Hierauf folgt das Wässern in einem auf 50 °C temperierten Wasserbad unter ständigem Rühren (Magnetrührer), um den Platzhalter NaCl zu entfernen. Gravimetrisch wurde die völlige Entfernung des Platzhalters aus der Probe nach 3 h ermittelt. Die Proben, welche jetzt nur noch aus Metallpulver, Wachs PE 520 und sehr geringen Mengen Wachs C bestehen, werden im Ofen bei 20 mbar und einem Argonstrom von 5 l/min mit einer Heizrate von 5K/min bis 480 °C erhitzt und sofort wieder abgekühlt. Gravimetrisch konnte die vollständige Entfernung aller vorberechneten Mengen an Platzhalter und Binder aus den

Proben nachgewiesen werden. Die Proben lagern bereits beim Restenbindern auf einer Al_2O_3 -Unterlage, mit welcher sie dann dem Sinterprozeß zugeführt werden. Gesintert wurden die Proben bei 1000 °C, 2 h im Vakuum. Nach dem Sintern wurde eine Porosität von 78 Vol.-% ermittelt. Durch die reduzierenden Bedingungen beim Sintern kann sogar eine Abnahme des Sauerstoff- und Stickstoffgehalts nachgewiesen werden. Der erwartete Anstieg des Kohlenstoffgehalts hält sich in Grenzen.

10

Die Figur zeigt die Mikrostruktur eines hochporösen metallischen Bauteils aus 316L, welches bei 1000 °C für 2 h gesintert wurde. Auffällig ist die Porenform, die die kubische Kristallstruktur der NaCl-Körner als Platzhalter abbildet.

15

Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung von porösen, endkonturnahen, metallischen und/oder keramischen Bauteilen mit einer offenen Porosität von mindestens 10 Vol.-% mit den Schritten
 - 5 a) aus metallischem und/oder keramischem Pulver, wenigstens einem thermoplastischen Binder und wenigstens einem Platzhalter wird eine Spritzgussmasse erzeugt,
 - 10 b) durch einen Spritzvorgang wird die so gebildete Spritzgussmasse bei Temperaturen zwischen 30 und 50 °C in eine Form des herzustellenden Bauteils eingebracht,
 - 15 c) das abgekühlte Bauteil (Grünling) wird einem kapillar-aktiven Stoff ausgesetzt und vorentbindert, wobei die offene Porosität erzeugt wird,
 - d) der Platzhalter wird durch eine Flüssigkeit zu- mindest teilweise aus dem Bauteil entfernt,
 - e) das Bauteil wird einem thermischen Entbinde- rungsprozeß unterzogen
 - 20 f) das Bauteil wird anschließend gesintert.
2. Verfahren nach Anspruch 1, bei dem als Platzhalter NaCl, KCl, K₂CO₃ oder Na₂CO₃ eingesetzt wird.
3. Verfahren nach Anspruch 1 bis 2, bei dem als metallisches Pulver rostfreier Stahl, Ti, NiTi oder eine Titanlegierung eingesetzt wird.
- 25 4. Verfahren nach Anspruch 1 bis 3, bei dem zwischen

den Schritten c) und d) eine thermische Vorentbin-
derung durchgeführt wird.

5. Verfahren nach Anspruch 4, bei dem die thermische Vorentbinderung bei Temperaturen bis zu 260 °C und unter Schutzgasatmosphäre durchgeführt wird.
6. Verfahren nach Anspruch 1 bis 5, bei dem Ausgangspulver mit einer Partikelgröße von weniger als 20 µm eingesetzt wird.
- 10 7. Verfahren nach Anspruch 1 bis 6, bei dem die thermische Entbinderung bei Temperaturen bis zu 500 °C und unter Schutzgasatmosphäre durchgeführt wird.
8. Verfahren nach Anspruch 1 bis 7, bei dem eine bis 50 °C temperierte Flüssigkeit eingesetzt wird.
- 15 9. Verfahren nach Anspruch 1 bis 8, bei dem als Flüssigkeit Wasser eingesetzt wird, um den Platzhalter zu entfernen.
10. Verfahren nach Anspruch 9, bei dem ein gerührtes Wasserbad eingesetzt wird, um den Platzhalter zu entfernen.
- 20 11. Verfahren nach Anspruch 1 bis 10, bei dem bei der thermischen Entbinderung Argon als Schutzgas eingesetzt wird.
12. Verfahren nach Anspruch 1 bis 11, bei dem eine offene Porosität des Bauteils von wenigstens 25 30 Vol.-%, insbesondere von 50 Vol.-% erzeugt wird.

Z u s a m m e n f a s s u n g

Verfahren zur Herstellung endkonturnaher, metallischer
und/oder keramischer Bauteile

Das erfindungsgemäß abgewandelte Verfahren des Powder Injection Moulding eignet sich vorteilhaft zur Herstellung hochporöser, endkonturnaher Bauteile komplexer Geometrien aus metallischen und/oder keramischen Ausgangspulvern. Die verwendeten Platzhalter sind nicht toxisch und können schnell und nahezu vollständig wieder aus den Bauteilen entfernt werden. Mit den Platzhaltern können Porengrößen der Bauteile im Bereich von 20 µm bis 2 mm sowie Porositäten von 10 bis 85 Vol.-% gezielt eingestellt werden. Die Porenverteilung ist sehr homogen. Die Dauer des gesamten Verfahrensablaufs wird wesentlich durch die Entbinderung und die Entfernung des Platzhalters bestimmt. Von dem Schritt des kapillaraktiven Vorentbinderns und selbst unter dem zusätzlichen Aufwand des thermischen Vorentbinderns (für Metall- und Keramikpulver < 20 µm) beträgt die Gesamtzeit nicht mehr als 14 bis 20 Stunden. Darin enthalten sind das Entfernen des Platzhalters, das Restenbindern und das Sintern incl. der Aufheiz- und Abkühlphasen und Haltezeiten. Daraus ergibt sich ein kostengünstiges und mit moderatem Aufwand durchzuführendes Verfahren.

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- BLACK BORDERS**
- IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- FADED TEXT OR DRAWING**
- BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- SKEWED/SLANTED IMAGES**
- COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- GRAY SCALE DOCUMENTS**
- LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- OTHER:** _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.